



EPO - DG 1

23 06. 2003

(72) 20 DEC 2004

# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

REC'D 25 AUG 2003

WIPO

PCT

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 15 AVR. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr

**Best Available Copy**



26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI




N° 11354°01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

09 540 7 / 260899

<b>RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX</b>		<b>12 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</b>	
DATE <b>21 JUIN 2002</b>		<input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie	
LIEU <b>75 INPI PARIS</b>			
N° D'ENREGISTREMENT <b>0207732</b>			
DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI <b>21 JUIN 2002</b>			
Vos références pour ce dossier (facultatif) <b>BR73098/S.1/CR/JT/AO</b>			
<b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b> <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie			
<b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>		<b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>	
Demande de brevet <input checked="" type="checkbox"/>		<input checked="" type="checkbox"/>	
Demande de certificat d'utilité <input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Demande divisionnaire <input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
Demande de brevet initiale N° _____ Date ____/____/____			
ou demande de certificat d'utilité initiale N° _____ Date ____/____/____			
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i> <input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
N° _____ Date ____/____/____			
<b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b>			
Enceinte réactionnelle pour la préparation de préformes pour fibres optiques.			
<b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>		Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ Pays ou organisation _____ N° _____ Date ____/____/____ <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
<b>5 DEMANDEUR</b>		<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
Nom ou dénomination sociale		UMICORE IR GLASS	
Prénoms			
Forme juridique		Société Anonyme à Conseil d'Administration	
N° SIREN		4 . 0 . 4 . 3 . 6 . 6 . 6 . 5 . 0	
Code APE-NAF			
Adresse		Zone Artisanale du Boulais	
Rue			
Code postal et ville		35690 ACIGNE	
Pays		FRANCE	
Nationalité		FRANCAISE	
N° de téléphone (facultatif)			
N° de télécopie (facultatif)			
Adresse électronique (facultatif)			

REMISE DES PIÈCES DATE <b>24 JUIN 2002</b> LIEU <b>75 INPI PARIS</b> N° D'ENREGISTREMENT <b>0207732</b> NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		Réservé à l'INPI	
<b>Vos références pour ce dossier :</b> <i>(facultatif)</i>		<b>BR73098/S1/CR/JT/AO</b>	
<b>6 MANDATAIRE</b>			
Nom			
Prénom			
Cabinet ou Société		<b>NONY &amp; ASSOCIES</b>	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel			
Adresse	Rue	<b>3 Rue de Penthièvre</b>	
	Code postal et ville	<b>75008</b>	<b>PARIS</b>
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>		<b>0143128460</b>	
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>		<b>0143128470</b>	
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>		<b>nony@nony.fr</b>	
<b>7 INVENTEUR (S)</b>			
Les inventeurs sont les demandeurs		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non <b>Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée</b>	
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>		<b>Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)</b>	
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <b>Établissement immédiat</b> <input type="checkbox"/> <b>Établissement différé</b>	
Paiement échelonné de la redevance		<b>Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques</b> <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		<b>Uniquement pour les personnes physiques</b> <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i> <input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence)</i> :	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Sulte», indiquez le nombre de pages jointes			
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire) <b>Jean-Claude TONNELIER 92-1241</b>		<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b> 	

La présente invention a pour objet une enceinte réactionnelle permettant notamment de fabriquer une préforme pour fibres optiques à double indice.

On sait que les fibres optiques à double indice peuvent être obtenues notamment à partir d'une préforme préalablement élaborée. Cette préforme est constituée  
5 de deux verres : un verre de cœur, et un verre de gaine dont l'indice de réfraction est inférieur à celui du verre de cœur.

Une des difficultés de la réalisation de préformes à double indice est qu'il convient d'éviter une contamination de chacun des verres par l'autre verre ou par des agents polluants extérieurs.

10 Pour cela, il serait nécessaire de réaliser la préforme dans une enceinte scellée sous vide, après introduction des deux verres à l'intérieur de l'enceinte, en faisant en sorte qu'ils ne puissent être en contact l'un avec l'autre, sauf au moment de la réalisation proprement dite de la préforme.

Il existe plusieurs méthodes d'obtention des préformes à double indice. On  
15 peut opérer par exemple selon une méthode de mise en forme par rotation (« rotational casting ») : on verse un verre en fusion dans un moule cylindrique que l'on met en rotation rapide pour réaliser le tube de gaine, dans lequel on va ensuite verser le verre de cœur. Selon la méthode dite « build-in casting », on coule un verre de gaine en fusion dans un moule cylindrique que l'on renverse rapidement de façon à obtenir un tube dans lequel on  
20 coule le verre de cœur en fusion. On peut également couler le verre de gaine autour d'un barreau de verre de cœur (méthode dite « clad over core »). D'autres techniques procèdent par aspiration à l'extrémité inférieure du moule. On peut également utiliser une technique d'injection du verre de cœur (« CIT », pour « Core Injection Technique »), qui consiste à fabriquer un verre de gaine par mise en forme par rotation, puis à immerger la partie  
25 inférieure du tube dans un bain contenant le verre de cœur en fusion, en appliquant une différence de pression entre la surface du bain et l'intérieur du tube.

Les méthodes décrites ci-dessus permettent d'obtenir des préformes utilisables dans la préparation de fibres multimodes (dont le diamètre de cœur est relativement important).

30 Pour obtenir des fibres monomodes (dont le diamètre de cœur est relativement faible, par exemple inférieur à un cinquième du diamètre de gaine), on peut partir de préformes obtenues soit par les méthodes de dépôt chimique en phase vapeur (CVD, pour

« Chemical Vapor Deposition ») ou par la méthode CVD modifiée, soit par la méthode dite « rod in tube » (un barreau de verre de cœur est mis à l'intérieur d'un tube de gaine, et le tout est ensuite étiré en fibre), soit encore par la technique de l'étirage-manchonnage (une préforme préalablement fabriquée est étirée puis manchonnée dans un tube du verre de gaine que l'on rétreint ensuite soit avant le fibrage, soit pendant le fibrage).

Toutes ces méthodes nécessitent donc la fabrication préalable de préformes.

Parmi toutes les méthodes de fabrication de préformes qui viennent d'être exposées, aucune n'est réalisée en enceinte scellée sous vide contenant les deux verres d'indices différents. La présente invention, au contraire, permet une telle réalisation, grâce à une enceinte de conception particulière.

L'invention a donc pour objet une enceinte réactionnelle comprenant :

- un premier conteneur constitué essentiellement par une paroi délimitant un volume sensiblement clos, à l'exception d'au moins un premier orifice ménagé dans ladite paroi,

- un second conteneur constitué essentiellement par une paroi délimitant un volume sensiblement clos, à l'exception d'un second orifice mettant en communication le second conteneur avec une première extrémité d'un conduit ayant une seconde extrémité ouverte, dans laquelle :

- lesdits premier et second conteneurs sont solidaires,
- ledit second conteneur et ledit conduit sont solidaires,
- ladite seconde extrémité ouverte est située à l'intérieur du premier conteneur,

ladite enceinte étant apte à occuper deux positions, à savoir :

- une première position dans laquelle ledit premier orifice se trouve dans une position haute par rapport aux autres parties du premier conteneur, et ledit second orifice se trouve dans une position basse par rapport aux autres parties du second conteneur, et

- une seconde position dans laquelle ledit premier orifice se trouve dans une position basse par rapport aux autres parties du premier conteneur, ledit second orifice se trouve dans une position haute par rapport aux autres parties du second conteneur, et ladite extrémité ouverte du conduit est à l'aplomb dudit premier orifice et distante de celui-ci,

et la configuration de ladite enceinte étant telle que lors de la rotation de l'enceinte dans un

premier sens prédéterminé depuis ladite première position jusqu'à ladite seconde position, un liquide supposé contenu dans ledit second conteneur reste dans le second conteneur, sans pouvoir s'écouler à travers ledit conduit jusqu'à ladite extrémité ouverte, et que lors de la rotation de l'enceinte, dans un second sens prédéterminé, depuis ladite première position jusqu'à ladite seconde position, un liquide supposé contenu dans ledit second conteneur s'écoule à travers ledit conduit et atteint ladite extrémité ouverte.

Dans des modes de réalisation particuliers, l'enceinte réactionnelle de l'invention peut encore présenter les caractéristiques suivantes, prises isolément ou, le cas échéant, en combinaison :

10 - ledit second conteneur ainsi que le conduit sont situés à l'intérieur du premier conteneur ;

- ledit conduit comporte au moins un coude ; par exemple le conduit comprend un système de deux coudes en forme de Z ; dans un mode de réalisation particulier, ledit conduit comprend une première partie, depuis l'orifice du second conteneur jusqu'à un premier coude distant du second orifice, une seconde partie depuis le premier coude jusqu'à un second coude, puis une troisième partie depuis le second coude vers l'extrémité ouverte, le conduit étant par exemple construit de façon que, dans ladite première position, ledit premier coude occupe une position haute par rapport audit second orifice, et ledit second coude occupe une position basse par rapport audit premier coude ;

15 selon un mode de réalisation particulier, les branches du coude, ou des coudes, sont inclinées par rapport à la verticale lorsque l'enceinte occupe l'une desdites première et seconde positions ;

20 - l'enceinte réactionnelle comprend en outre un premier tube dont une extrémité débouche dans le conduit et dont l'autre extrémité est située à l'extérieur de l'enceinte ;

- l'enceinte réactionnelle comprend en outre un second tube, externe, dont une extrémité est raccordée audit premier orifice, ledit tube occupant une position verticale au-dessus du premier conteneur dans ladite première position de l'enceinte et en dessous du premier conteneur dans la seconde position.

30 L'invention concerne en particulier une enceinte réactionnelle telle que définie précédemment, dans laquelle lesdits conteneurs et lesdits tubes et conduit forment un ensemble clos contenant un premier verre dans le premier conteneur et un second verre,

d'indice de réfraction différent, dans le second conteneur.

L'enceinte réactionnelle de l'invention peut être réalisée en tout matériau compatible avec les verres de gaine et de cœur utilisés, et ayant une température de fusion supérieure à la température de ramollissement desdits verres. Le matériau doit être  
 5 suffisamment inerte chimiquement pour ne pas polluer au-delà de l'acceptable les verres de gaine et de cœur. On peut réaliser l'enceinte réactionnelle de l'invention, par exemple, en silice ou en verre pyrex.

La silice ou le verre pyrex présentent l'avantage qu'ils se travaillent comme le verre usuel, et qu'ils permettent l'observation directe du contenu de l'enceinte.

10 L'invention a également pour objet un procédé de préparation d'une préforme pour fibres optiques avec un verre de gaine et un verre de cœur d'indices différents, ou d'une fibre optique correspondante, à l'aide d'une enceinte réactionnelle telle que définie ci-dessus. Ce procédé présente notamment les caractéristiques suivantes :

- on introduit le verre de gaine dans le premier conteneur, et le verre de cœur  
 15 dans le second conteneur, l'enceinte occupant ladite première position ou une position voisine,

- on établit le vide dans l'enceinte,  
 - on porte l'enceinte à une température suffisante pour que les deux verres soient liquides,

20 - on soumet l'enceinte à une rotation dans ledit premier sens prédéterminé, depuis ladite première position jusqu'à ladite seconde position, de façon que le verre de gaine s'écoule par gravité vers, puis à travers, le premier orifice,

- on ramène l'enceinte à ladite première position, et  
 - après un temps prédéterminé, on soumet l'enceinte réactionnelle à une  
 25 rotation, dans ledit second sens prédéterminé, depuis la première position jusqu'à la seconde position, de sorte que le verre de cœur, resté liquide dans le second conteneur, traverse le second orifice, s'engage dans le conduit et atteint l'extrémité ouverte à travers laquelle il s'écoule par gravité et traverse ledit premier orifice.

Pour introduire le verre de gaine dans le premier conteneur, on peut utiliser par  
 30 exemple le second tube externe tel que décrit précédemment. Ce tube externe est ensuite scellé à une distance suffisante du premier orifice et peut ensuite servir de moule pour la préforme.

Pour introduire le verre de cœur dans le second conteneur, on peut utiliser un premier tube tel que décrit précédemment. Ce tube peut ensuite être scellé dans une zone externe voisine de la paroi du premier conteneur.

5 Les verres de gaine et de cœur peuvent être introduits par exemple sous forme de particules solides.

Le procédé de l'invention est notamment un procédé dans lequel :

- le verre de gaine, après rotation de l'enceinte dans ledit premier sens prédéterminé, traverse le premier orifice et emplit complètement ledit second tube externe, tandis que le verre de cœur reste confiné dans le second conteneur,
- 10 - on refroidit pendant un temps prédéterminé ledit tube externe pour qu'une partie du verre de gaine proche de la paroi du tube externe se solidifie, tandis que la partie du verre de gaine dans la zone axiale du tube est encore liquide,
- on ramène alors l'enceinte depuis la seconde position jusqu'à ladite première position, de sorte que la partie du verre de gaine encore liquide s'écoule par
- 15 gravité dans le premier conteneur, tandis que la partie du verre de gaine solidifiée reste dans le tube externe dont la partie axiale est vide,
- après ladite rotation de l'enceinte dans ledit second sens prédéterminé, le verre de cœur, resté liquide dans le second conteneur, s'écoule dans le conduit puis tombe, à travers le premier orifice, dans la partie axiale du tube externe, de façon à remplir ladite
- 20 partie axiale,
- et, si désiré, on transforme la préforme ainsi obtenue en fibre optique.

Des modes de réalisation particuliers de l'invention vont maintenant être décrits plus en détail en faisant référence au dessin annexé dans lequel :

- la figure 1 représente une vue schématique, en perspective de l'enceinte
- 25 dans la première position mentionnée ci-dessus,
- la figure 2 représente une vue schématique en perspective de l'enceinte dans la seconde position.

Comme on le voit sur la figure 1, l'enceinte réactionnelle de l'invention comprend un premier conteneur 1 communiquant par un orifice 2 avec un tube externe 3.

30 Le second conteneur 4 communique par un orifice 5 avec une extrémité d'un conduit 6 dont l'autre extrémité 7 est une extrémité ouverte. L'extrémité 7 est en forme de bec verseur orienté de façon à éviter que le verre de gaine non solidifié provenant du centre du



tube 3 ne vienne obstruer ou polluer le conduit par lequel sera versé le verre de cœur. Un second conduit 8 communique par une de ses extrémités avec le conduit 6, et son autre extrémité, située à l'extérieur de l'enceinte, est une extrémité ouverte.

5 L'enceinte réactionnelle de l'invention est représentée à la figure 1 dans la position appelée ci-dessus « première position », avec le tube 3 supposé vertical. On voit que l'orifice 2 est en position haute sur le premier conteneur tandis que l'orifice 5 est situé en une position basse de la paroi du second conteneur.

10 On introduit le verre de gaine, sous la forme de particules solides, par l'orifice 3b, éventuellement en inclinant légèrement l'enceinte par rotation dans le sens anti-horaire autour d'un axe perpendiculaire au plan du dessin, de façon à éviter que le verre de gaine ne s'introduise par l'orifice 7 dans le conduit 6. En augmentant l'angle de rotation, on relève l'extrémité 8b du tube 8 et on peut alors introduire par l'extrémité 8b le verre de cœur qui tombera par gravité dans le second conteneur 4. Le tube 8 est muni en 8b d'un robinet non représenté sur le dessin. On ferme ce robinet. On établit le vide dans l'enceinte en reliant le tube 3 à une pompe à vide, après quoi on scelle le tube 8 au niveau 8a puis le tube 3 au niveau 3a, comme représenté à la figure 2.

Bien entendu, on peut aussi faire le vide par l'intermédiaire d'un autre tube externe, non représenté, débouchant par exemple dans le conteneur 1, puis sceller les tubes 3 et 8 et enfin ledit autre tube externe.

20 On peut également rigidifier l'ensemble second conteneur 4/conduit 6, à l'intérieur du premier conteneur 1, à l'aide d'éléments de rigidification tels que des tiges de silice soudées joignant par exemple les conteneurs 1 et 4 ou le conduit 6 et le conteneur 1. Si une telle tige dépasse du conteneur 1 vers l'extérieur, elle peut aussi servir d'organe de préhension.

25 On a représenté à la figure 1 l'enceinte sous sa forme initiale, avec les tubes 3 et 8 non scellés ayant une extrémité ouverte.

30 A la figure 2, l'enceinte réactionnelle de l'invention a été représentée dans la position appelée ci-dessus « deuxième position », avec les tubes 3 et 8 scellés en 3a et 8a. Cette deuxième position peut être atteinte à partir de la première position, après rotation de 180° autour d'un axe perpendiculaire au plan du dessin.

Comme indiqué ci-dessus, la configuration de l'enceinte est telle que lors du passage de la première à la seconde position, un liquide présent dans le second conteneur y

reste confiné, ou au contraire s'écoule dans le conduit 6, selon le sens de rotation. Cela résulte principalement de la position haute (dans la première position de la figure 1) de l'orifice 5 dans le second conteneur 4, qui fait que lorsqu'un liquide est présent dans le conteneur 4, si l'on effectue ladite rotation de  $180^\circ$  à partir de la première position (celle de la figure 1), dans le sens anti-horaire, le liquide restera dans le conteneur 4. On a représenté ce liquide 9 dans le conteneur 4 de la figure 2. En revanche, si on effectue ladite rotation dans le sens horaire, ledit liquide va s'écouler dans le conduit 6 et atteindre l'orifice 7 et (on est alors dans la position représentée à la figure 2) ce liquide va s'écouler verticalement par gravité dans le tube 3.

10 Il n'est pas nécessaire que le conduit 6 présente des coudes. Toutefois, la présence de coudes allonge le temps d'écoulement du verre de cœur liquide vers l'extrémité ouverte 7 du conduit 6, ce qui permet de mieux maîtriser cet écoulement.

Pour préparer une préforme, on introduit donc les verres de gaine et de cœur sous forme solide, on établit le vide et on scelle comme cela a été indiqué précédemment.

15 On porte alors l'enceinte dans un four, dans la première position qui est celle représentée à la figure 1. L'enceinte est portée à une température suffisante pour que les verres de gaine et de cœur soient liquides. Le verre de gaine est alors rassemblé dans la partie basse 1a du conteneur 1. En effectuant une rotation de  $180^\circ$ , comme indiqué ci-dessus, dans le sens anti-horaire, le verre de gaine va s'écouler le long de la paroi 1b du conteneur 1 puis atteindre l'orifice 2 et remplir le tube scellé 3. Le verre de gaine est en 20 quantité suffisante pour remplir complètement le tube 3.

On refroidit alors le tube 3, par exemple en immergeant le tube dans l'eau, pendant un temps tel que seule une partie périphérique du verre de gaine soit solidifiée, tandis que la partie centrale est encore liquide. Le temps de refroidissement est fonction 25 des épaisseurs respectives souhaitées pour la gaine et la partie de cœur de la préforme. Ce temps peut être déterminé préalablement par de simples expériences de routine. Si on souhaite une gaine peu épaisse, on peut simplement laisser refroidir pendant un temps suffisant à l'air, à température ambiante.

On effectue alors une nouvelle rotation de  $180^\circ$  environ pour ramener 30 l'enceinte dans la première position, cette rotation étant effectuée de préférence dans le sens horaire (mais elle peut également être effectuée dans le sens anti-horaire, en raison de la viscosité du verre liquide qui rend son écoulement relativement lent). Dans cette

nouvelle position, le verre de gaine non solidifié provenant du centre du tube 3 va s'écouler le long des parois du conteneur 1 et se rassembler dans le fond 1a dudit conteneur.

On effectue alors une nouvelle rotation de  $180^\circ$ , dans le sens horaire cette fois, de sorte que le verre de cœur du conteneur 4 s'écoule à travers le conduit 6, atteint l'orifice 5 7 et s'écoule alors sous l'influence des forces de gravité dans la partie creuse de la gaine formée dans le tube 3.

Pendant cette dernière rotation, le verre de gaine en excès, qui s'est refroidi pendant son séjour dans le tube 3 et pendant son retour dans le conteneur 1, a une viscosité qui a fortement augmenté, et ce verre reste pratiquement collé à la paroi du conteneur 1 pendant la dernière rotation, de sorte qu'il n'y a pas de risque qu'il aille s'écouler dans le cœur de la préforme.

La préforme étant ainsi réalisée, on peut réintroduire tout le montage dans un four à recuit, à une température proche de la température de transition vitreuse de celui des verres de gaine et de cœur ayant la température de transition la plus faible, afin de diminuer les tensions internes.

On peut ensuite préparer des fibres optiques monomodes ou multimodes, à partir des préformes obtenues selon l'invention, en utilisant les méthodes connues qui ont été rappelées ci-dessus.

Parmi les verres utilisables comme verres de gaine ou de cœur, on peut citer notamment :

- les verres des systèmes Te - As - Se, Ge - As - S ou Ge - As - Se, tels que ceux décrits par Z.U. Borisova, Glassy Semiconductors, Plenum Press, New York, 1981 ;
- les verres de chalcogénures tels que ceux décrits dans « Materials Science and Technology » (Cahn, Haasen, Kramer Eds.), Volume 9 (Glasses and Amorphous Materials) ;
- les verres à base de chalcogénures de gallium, de germanium et d'antimoine décrits dans la demande de brevet FR 97 14942 (n° de publication 2 771 405).

Dans les dessins annexés, on voit que l'axe du conduit 6 est dans le plan, supposé vertical, du dessin. On peut évidemment utiliser d'autres configurations. Par exemple, le conduit peut présenter un coude, au voisinage de l'orifice 5, de façon que l'axe du tube soit, après ce coude, par exemple dans un plan perpendiculaire au plan du dessin. On voit aisément que le second sens de rotation prédéterminé mentionné ci-dessus

correspond alors à une rotation autour d'un axe horizontal situé dans le plan du dessin, tandis que le premier sens de rotation prédéterminé peut correspondre à une rotation autour d'un axe horizontal perpendiculaire au plan du dessin.

Certains verres, tels que les verres Te – As – Se, peuvent être distillés sous vide. Pour introduire ces verres dans leurs conteneurs respectifs, on peut aussi opérer par distillation sous vide dans les tubes 3 et 8. Par exemple, le tube 3, scellé en 3b, contient au niveau 3c un opercule d'obturation (non représenté) traversé par un petit tube de distillation, le verre de gaine solide étant contenu dans la partie entre 3b et 3c. On introduit cette partie dans un four, après avoir fait le vide dans l'enceinte. Le distillat recueilli dans la partie inférieure du tube 3 (figure 1) s'écoule dans le premier conteneur. On scelle ensuite le tube 3 au niveau 3a, comme décrit précédemment. On peut opérer de façon analogue dans le tube 8 pour le verre de cœur.

On va maintenant donner un exemple de réalisation d'une préforme.

**Exemple :**

On a préparé une enceinte réactionnelle en silice analogue à celle de la figure 1: Le conteneur 1 a 60 mm de diamètre et 60 mm de hauteur. Le tube 3 a une hauteur de 190 mm, et de 90 mm après scellement au niveau 3a. Le conteneur 4 a un diamètre de 15 mm. La partie externe du tube 8 a une longueur de 100 mm.

Le verre de gaine (25 g) a la composition suivante (en atomes):  $\text{Te}_2 \text{As}_3 \text{Se}_5$ .

Le verre de cœur (12 g) a la composition suivante :  $\text{Te}_{2,5} \text{As}_3 \text{Se}_{4,5}$ .

Après introduction des verres dans leurs conteneurs respectifs, on scelle le tube 8 en 8a, on établit le vide via le tube 3 et on scelle le tube 3 en 3a. On chauffe l'enceinte dans un four pendant 1 heure environ à 500 °C. On sort l'enceinte du four dans la première position. Au temps  $t_0$ , on effectue une rotation de 180° dans le sens anti-horaire. Le verre de gaine vient remplir le tube 3. Au temps  $t_0 + 15\text{s}$ , on immerge le tube 3 dans l'eau. Le tube est sorti de l'eau au temps  $t_0 + 25\text{s}$ , et on soumet l'enceinte à une nouvelle rotation de 180°, dans le sens horaire. Le centre du tube 3 se vide, mais il reste une gaine de verre solidifiée à la périphérie interne.

Au temps  $t_0 + 45\text{s}$ , on effectue une nouvelle rotation de 180°, dans le sens horaire. Le verre de cœur liquide s'écoule dans le conduit 6, atteint le bec verseur 7 et vient remplir la partie creuse du tube 3. Tout le moulage est ensuite recuit à température inférieure à  $T_g$  (température de transition vitreuse). On casse l'extrémité du tube 3 et on

extrait la préforme. L'étude de la composition le long d'un diamètre d'une coupe transversale, en microscopie électronique, montre une teneur constante en arsenic, avec une augmentation de tellure et une diminution de sélénium dans le cœur de la préforme.

## REVENDICATIONS

1. Enceinte réactionnelle comprenant :
  - un premier conteneur (1) constitué essentiellement par une paroi délimitant
- 5 un volume sensiblement clos, à l'exception d'au moins un premier orifice (2) ménagé dans ladite paroi,
  - un second conteneur (4) constitué essentiellement par une paroi délimitant
- un volume sensiblement clos, à l'exception d'un second orifice (5) mettant en
- communication le second conteneur avec une première extrémité d'un conduit (6) ayant
- 10 une seconde extrémité ouverte (7),
- dans laquelle :
  - lesdits premier et second conteneurs sont solidaires,
  - ledit second conteneur et le ledit conduit sont solidaires,
  - ladite seconde extrémité ouverte est située à l'intérieur du premier
- 15 conteneur,
- ladite enceinte étant apte à occuper deux positions, à savoir :
  - une première position dans laquelle ledit premier orifice (2) se trouve dans
- une position haute par rapport aux autres parties du premier conteneur (1), et ledit second
- orifice (5) se trouve dans une position basse par rapport aux autres parties du second
- 20 conteneur (4), et
  - une seconde position dans laquelle ledit premier orifice (2) se trouve dans
- une position basse par rapport aux autres parties du premier conteneur (1), ledit second
- orifice (5) se trouve dans une position haute par rapport aux autres parties du second
- conteneur (4), et ladite extrémité ouverte (7) du conduit est à l'aplomb dudit premier
- 25 orifice (2) et distante de celui-ci,
- et la configuration de ladite enceinte étant telle que lors de la rotation de l'enceinte dans un
- premier sens prédéterminé depuis ladite première position jusqu'à ladite seconde position,
- un liquide supposé contenu dans ledit second conteneur (4) reste dans le second conteneur,
- sans pouvoir s'écouler à travers ledit conduit (6) jusqu'à ladite extrémité ouverte (7), et que
- 30 lors de la rotation de l'enceinte, dans un second sens prédéterminé, depuis ladite première
- position jusqu'à ladite seconde position, un liquide supposé contenu dans ledit second
- conteneur (4) s'écoule à travers ledit conduit (6) et atteint ladite extrémité ouverte (7).

2. Enceinte réactionnelle selon la revendication 1, dans laquelle ledit second conteneur (4) et le conduit (6) sont situés à l'intérieur du premier conteneur (1).

3. Enceinte réactionnelle selon la revendication 1, dans laquelle ledit conduit comporte au moins un coude.

5 4. Enceinte réactionnelle selon la revendication 3, dans laquelle ledit conduit comprend un système de deux coudes en forme de Z.

10 5. Enceinte réactionnelle selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle ledit conduit comprend une première partie, depuis l'orifice du second conteneur jusqu'à un premier coude distant du second orifice, une seconde partie depuis le premier coude jusqu'à un second coude, puis une troisième partie depuis le second coude vers l'extrémité ouverte, et dans laquelle, dans ladite première position, ledit premier coude occupe une position haute par rapport audit second orifice, et ledit second coude occupe une position basse par rapport audit premier coude.

15 6. Enceinte réactionnelle selon l'une quelconque des revendications 3 à 5, dans laquelle, dans lesdites première et seconde positions de ladite enceinte, les branches du coude, ou des coudes, sont inclinées par rapport à la verticale.

20 7. Enceinte réactionnelle selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant en outre un premier tube externe (3) dont une extrémité est raccordée audit premier orifice (2), ledit tube occupant une position verticale au-dessus du premier conteneur (1) dans ladite première position de l'enceinte et en dessous du premier conteneur dans la seconde position.

25 8. Enceinte réactionnelle selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant en outre un second tube (3) dont une extrémité débouche dans le premier conduit (6) et dont l'autre extrémité (3b) est située à l'extérieur de l'enceinte, ledit second tube étant apte à être scellé dans sa partie extérieure à l'enceinte.

9. Enceinte réactionnelle selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle lesdits conteneurs et lesdits tubes et conduit forment un ensemble clos contenant un premier verre dans le premier conteneur et un second verre, d'indice différent, dans le second conteneur.

30 10. Enceinte réactionnelle selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle lesdits conteneurs, conduit et tubes sont en silice ou en verre pyrex.

11. Procédé de préparation d'une préforme de fibre optique ou d'une fibre optique avec un verre de gaine et un verre de cœur d'indices différents, à l'aide d'une enceinte réactionnelle telle que définie dans l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel :

- 5                   - on introduit le verre de gaine dans le premier conteneur (1), et le verre de cœur dans le second conteneur (4), l'enceinte occupant ladite première position ou une position voisine,
  - on établit le vide dans l'enceinte,
  - on porte l'enceinte à une température suffisante pour que les deux verres
- 10               soient liquides,
  - on soumet l'enceinte à une rotation dans ledit premier sens prédéterminé, depuis ladite première position jusqu'à ladite seconde position, de façon que le verre de gaine s'écoule par gravité vers, puis à travers, le premier orifice (2),
  - on ramène l'enceinte à ladite première position, et
- 15               - après un temps prédéterminé, on soumet l'enceinte réactionnelle à une rotation, dans ledit second sens prédéterminé, depuis la première position jusqu'à la seconde position, de sorte que le verre de cœur, resté liquide dans le second conteneur, traverse le second orifice (5), s'engage dans le conduit (6) et atteint l'extrémité ouverte (7) à travers laquelle il s'écoule par gravité et traverse ledit premier orifice (2).

20               12. Procédé selon la revendication 11, dans lequel l'enceinte comprend ledit tube externe tel que défini à la revendication 7.

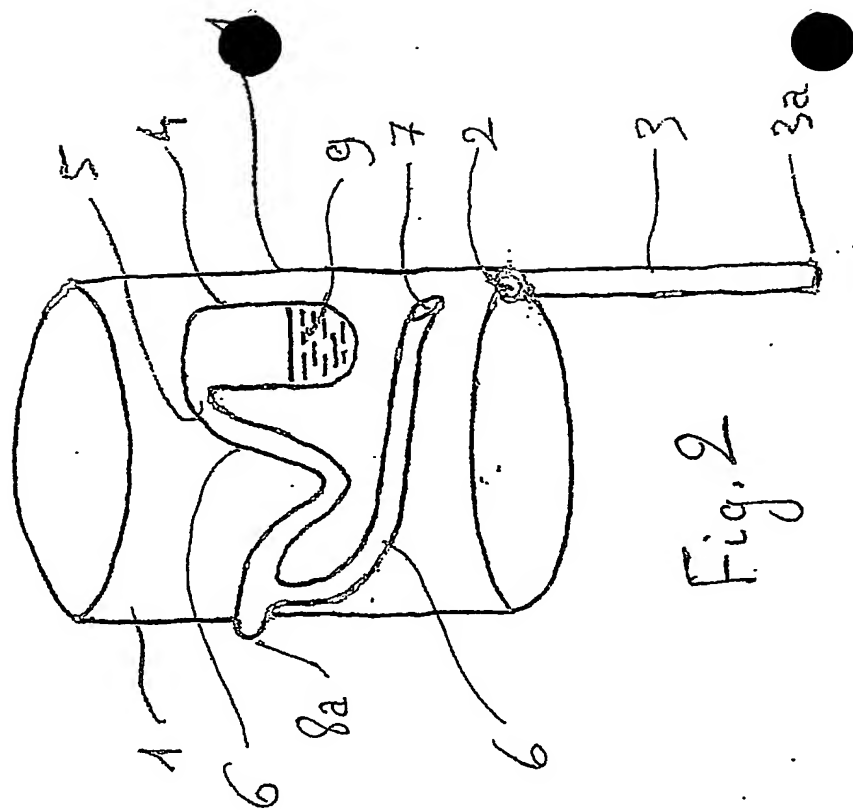
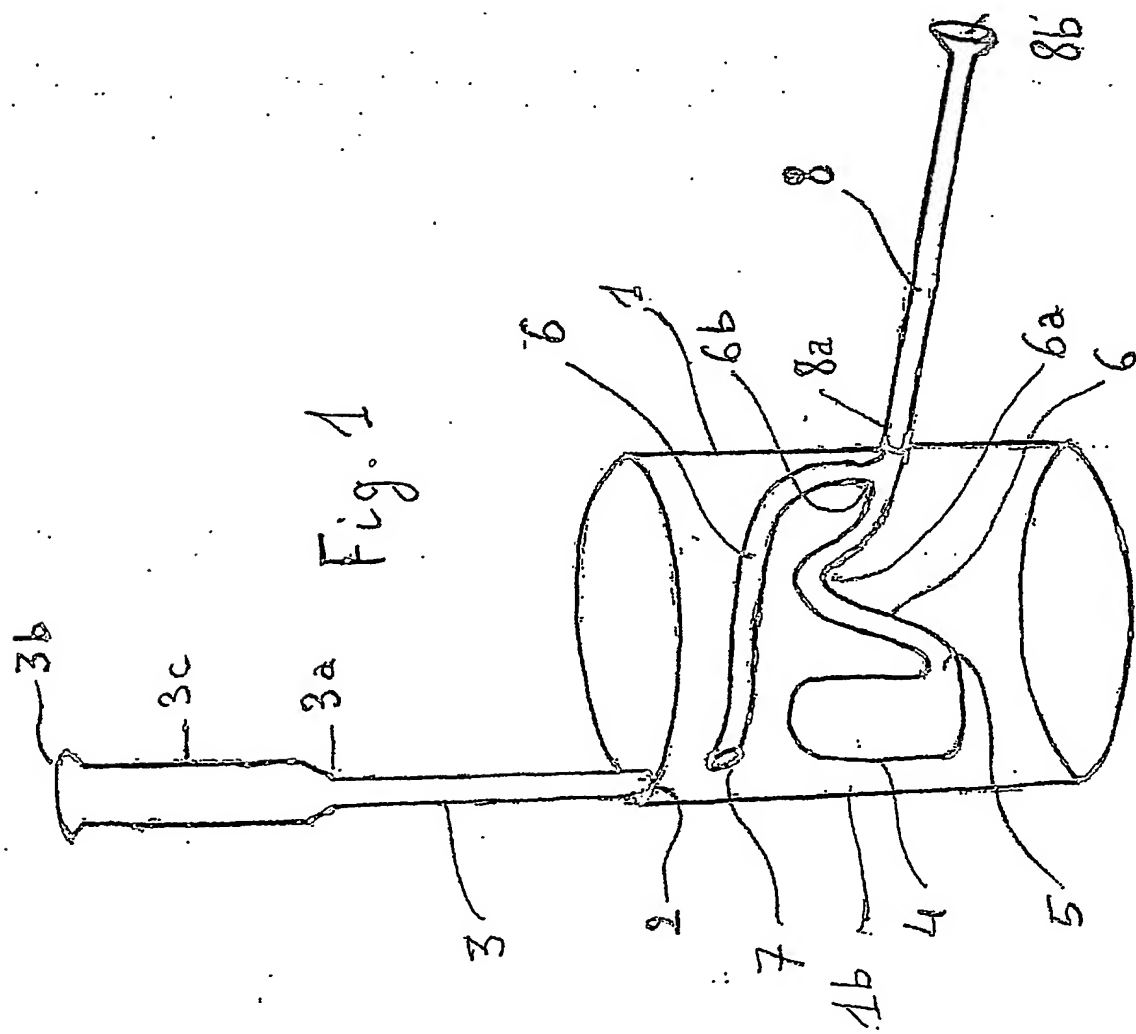
13. Procédé selon la revendication 12, dans lequel :

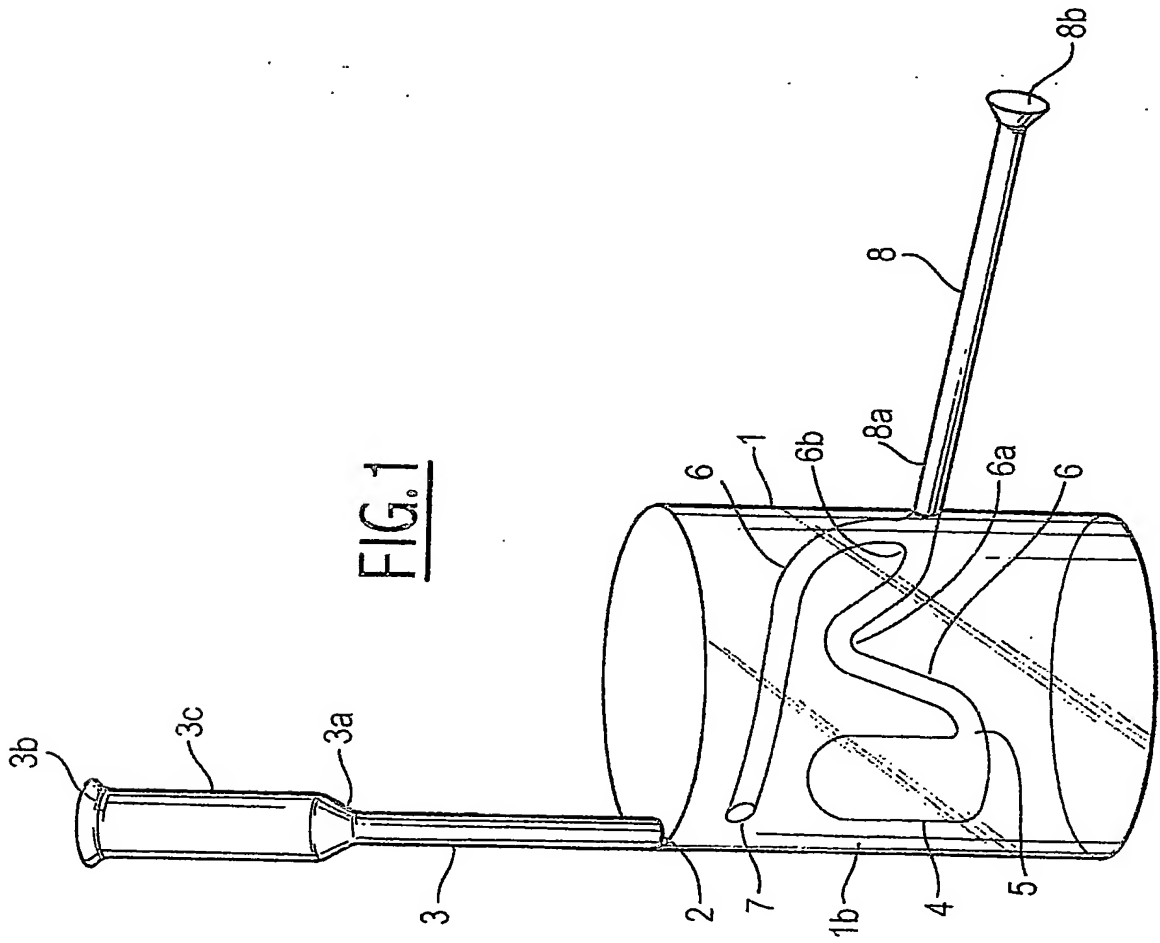
- le verre de gaine, après rotation de l'enceinte dans ledit premier sens prédéterminé, traverse le premier orifice (2) et emplit ledit tube externe (3), tandis que le
- 25               verre de cœur reste confiné dans le second conteneur (4),
  - on refroidit pendant un temps prédéterminé ledit tube externe (3) pour qu'une partie du verre de gaine proche de la paroi du tube externe se solidifie, tandis que la partie du verre de gaine dans la zone axiale du tube est encore liquide,
  - on ramène alors l'enceinte depuis la seconde position jusqu'à ladite
- 30               première position, de sorte que la partie du verre de gaine encore liquide s'écoule par gravité dans le premier conteneur (1), tandis que la partie du verre de gaine solidifiée reste dans le tube (3) dont la partie axiale est vide,



- après ladite rotation de l'enceinte dans ledit second sens prédéterminé, le verre de cœur, resté liquide dans le second conteneur (4), s'écoule dans le conduit (6) puis tombe, à travers le premier orifice (2), dans la partie axiale du tube (3),

- et, si désiré, on transforme la préforme ainsi obtenue en fibre optique.





**FIG. 1**

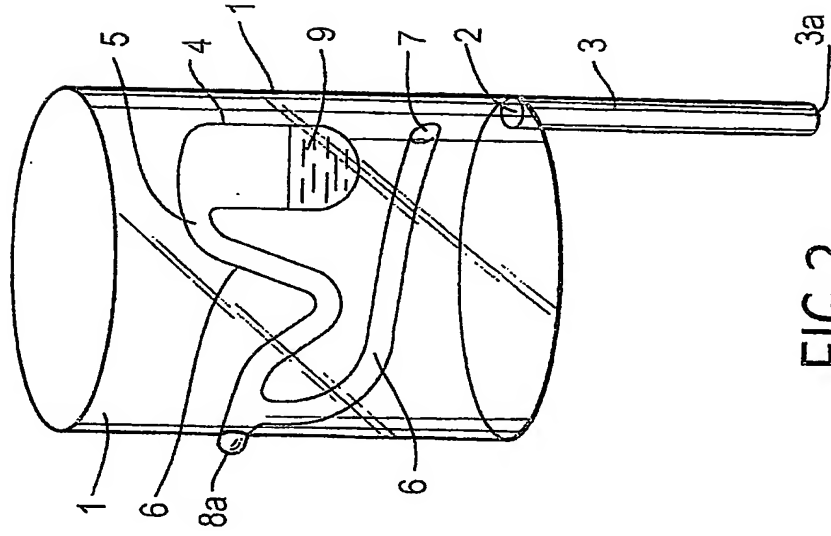


FIG. 2

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 1.  
(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 113 W / 250899

Vos références pour ce dossier (facultatif)		BR73098/S1/CR/JT/AO	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		0207732	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)			
Enceinte réactionnelle pour la préparation de préformes pour fibres optiques.			
LE(S) DEMANDEUR(S) :			
UMICORE IR GLASS			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		FONTENEAU	
Prénoms		Gilles	
Adresse	Rue	1 rue du Clos Tinel	
	Code postal et ville	35410	NOUVOITOU
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		BOUSSARD-PLEDEL	
Prénoms		Catherine	
Adresse	Rue	4 rue du Clos	
	Code postal et ville	35830	BETTON
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		LE COQ	
Prénoms		David	
Adresse	Rue	1 rue du Pont Jacquilot	
	Code postal et ville	22800	PLAINE HAUTE
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Paris, le 21 juin 2002 Jean-Claude TONNELIER 92 1241			

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☐ FADED TEXT OR DRAWING

☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**